

ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ В МОНОКРИСТАЛЛАХ КРЕМНИЯ, ОБЛУЧАЕМОГО АЛЬФА-ЧАСТИЦАМИ

к.ф.-м.н. Н.Я. Рохманов, д.ф.-м.н., проф. А.К. Гнап

Изучены зависимости внутреннего трения δ , нормального модуля E , удельного электрического сопротивления ρ монокристаллов p - и n -Si от амплитуды ϵ_0 упругой деформации до, после и в процессе облучения α -частицами. Проведенные исследования важны для повышения надежности изделий твердотельной электроники, которые в процессе эксплуатации подвергаются воздействию не только высокоэнергетических облучений, но и циклических нагрузок, иногда изменяющихся по частоте и амплитуде.

Постановка проблемы и анализ литературы. Для полупроводников важна стабильность параметров в рабочих условиях силовых и радиационных влияний. В кремнии наблюдалась высокая чувствительность механических свойств к облучению [1]. Сравнительно малоисследованной осталась амплитудная зависимость внутреннего трения [2]. Проблема измерения внутреннего трения в кремнии в условиях облучения тяжелыми заряженными частицами с энергией в 5 – 10 МэВ была связана с их малыми пробегами в мишени, что требовало очень тонких образцов при высокой хрупкости материала [3]. В связи с этим для кремния, насколько известно, они не были проведены. Учитывая высокую чувствительность затухания к зарядовому состоянию дефектов структуры в полупроводниках [4, 5] целесообразно использовать ионизирующее излучение для выяснения характера взаимодействия радиационных дефектов с начальными дефектами, изучения природы самой амплитудной зависимости затухания, моделирования процессов для ее объяснения. Кремний является подходящим модельным объектом. Вследствие ковалентного характера связей и высоких барьеров Пайерлса, которые сопоставимы с пределом прочности материала [6], дислокации в нем блокированы и значительную роль играет поверхность, точечные дефекты и их комплексы.

Цель работы. Целью работы было проведение сравнительного изучения амплитудной зависимости внутреннего трения монокристаллов кремния различной ориентации при напряжениях σ , которые существенно ниже макроскопического предела упругости σ_e ($\sigma < 0,25 \cdot \sigma_e$), до, после и в процессе облучения α -частицами с энергиями 5,1 – 5,5 МэВ.

Методика эксперимента. В качестве объектов исследования был выбран кремний р и п-типов высокой чистоты, который используется для эпитаксиального наращивания пленок кремния с плотностью дислокаций $N_d = 10 \text{ см}^{-2}$ и содержанием бора $4,5 \cdot 10^{16} \text{ ат} \cdot \text{см}^{-3}$, с содержанием сурьмы $3,8 \cdot 10^{18} \text{ ат} \cdot \text{см}^{-3}$ ($N_d = 100 \text{ см}^{-2}$). Слитки кремния выращивали методом Чохральского. Образцы монокристаллов для исследований в виде полосок длиной от 12 до 60 мм и шириной 5 – 6 мм вырезали в плоскости (111) в направлениях типа $\langle 01\bar{1} \rangle$ и $\langle \bar{2}11 \rangle$.

Для измерений внутреннего трения использовалась методика низкочастотных (4 – 5,5 Гц) изгибных упругих колебаний. В качестве меры внутреннего трения служил логарифмический декремент свободных колебаний $\delta = N^{-1} \times \ln 2$ (N – число колебаний за время убывания амплитуды колебаний вдвое). Определение относительной амплитуды деформации образца ε_0 толщиной h и длиной l осуществлялось с помощью лазера по методу зеркала и шкалы, расположенной на расстоянии $L \approx 8 \text{ м}$, по амплитуде "а" колебаний "зайчика" на шкале в соответствии с выражением: $\varepsilon_0 = a \cdot h \times (2Ll)^{-1}$. О нормальном модуле упругости E судили по квадрату резонансной частоты колебаний образца. Одновременно с измерением внутреннего трения и нормального модуля измерялось электрическое сопротивление. Измерения удельного электрического сопротивления ρ проводились четырехзондовым методом при постоянном высокостабильном токе в 1 мА (аккумулятор). Для этого использовался один пружинный потенциальный контакт из алюминия чистотой не хуже 99,999 %. Это обеспечивало омический контакт. Вторым потенциальным контактом служил нижний зажим образца (алюминий). Токовыми контактами служили верхний зажим образца и грузик на нижнем штоке.

Для бомбардировки α -частицами параллельно поверхности образца (на расстоянии 3 – 4 мм) размещались плутониевые источники АИП-РИГ или АИП-МИР-3А с активностью $3,7 \cdot 10^7 \text{ Бк}$ и $5,53 \cdot 10^7 \text{ Бк}$. Исследования влияния облучения α -частицами на вид кривых амплитудной зависимости внутреннего трения проводились в четыре этапа: 1) измерения проводились до облучения синхронно с измерениями электрического сопротивления; 2) измерения внутреннего трения проводились при облучении непосредственно после монтажа образца синхронно с измерением электрического сопротивления и модуля упругости; 3) образец предварительно облучался в установке и после истечения времени в 1–1,2 ч начинался цикл измерений при продолжении облучения; 4) проводились повторные измерения внутреннего трения, ρ , E после этапов 2 или 3.

Экспериментальные результаты, полученные до облучения. Типичная кривая амплитудной зависимости n-Si (при ориентации нормальных напряжений $\sigma \parallel \langle 01\bar{1} \rangle$) до облучения представлена на рис. 1 (кривая 1). Вид зависимостей аналогичен полученным на кремнии в [4]. С увеличением амплитуды колебаний кривые прямого и обратного хода перестают совпадать. Образуется петля, которая характерна для гистерезисного внутреннего трения [7].

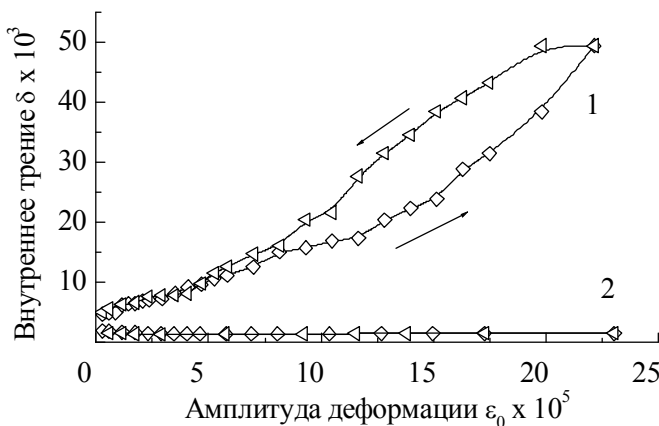


Рис. 1. Амплитудные зависимости внутреннего трения δ при прямом и обратном ходе по амплитуде для n-Si- $\langle 01\bar{1} \rangle$ до облучения (1) и в условиях облучения α -частицами (2) при мощности дозы $7,6 \cdot 10^6$ частиц·см⁻² × с⁻¹

В n-Si ($\sigma \parallel \langle \bar{2}11 \rangle$) и в p-Si ($\sigma \parallel \langle 01\bar{1} \rangle$) до облучения наблюдались немонотонные зависимости ВТ с двумя максимумами А и В для n-Si (рис. 2, а) или спадом и максимумом В в случае p-Si (рис. 2, б, кривая 1). При измерениях ВТ при уменьшении амплитуды или при повторном измерении АЗВТ при увеличении ϵ_0 в случае n-Si максимумы исчезали, а в случае p-Si исчезал начальный спад АЗВТ (рис. 2, б, кривая 2) и максимум В.

Сопоставление с измерениями электрического сопротивления (рис. 2, а, кривая 2) указывает на его корреляцию с максимумом А и отсутствие таковой с максимумом В. Аналогичный максимум В ранее наблюдался в работе [8] и объяснялся движением дислокаций в приповерхностных слоях кристалла.

Основной тенденцией изменения электрического сопротивления в n-Si является его снижение с ростом амплитуды, что согласуется с данны-

ми [9], согласно которым при многократных нагружениях электрическое сопротивление n-Si растет за счет появления донорных уровней (роль доноров играют оторвавшиеся от дислокаций атомы, а оторвавшиеся дислокации играют роль хорошо проводящих каналов). Напряжения в нашем случае были ниже, чем в опытах [9], но этот процесс имеет место и в нашем случае (рис. 2, а), когда число циклов к концу измерений достигает нескольких тысяч.

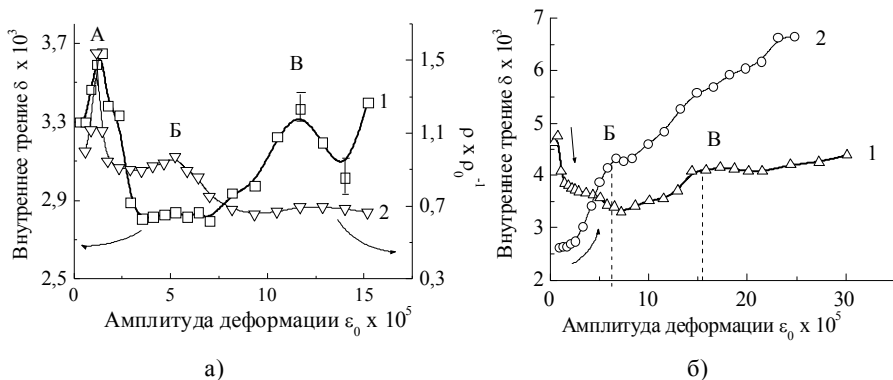


Рис. 2. Амплитудные зависимости внутреннего трения (1) и удельного электрического сопротивления ρ (2) ($\rho_0 = \rho$ при $t = 0$) монокристаллов n-Si- $\langle 211 \rangle$ (а) и внутреннее трение p-Si- $\langle 011 \rangle$ (б) при первом (1) и повторном нагружении (2) до облучения

Наблюдающийся нами спад затухания при малых ϵ_0 в материале с низкой плотностью дислокаций, коррелирующий с изменением ρ , указывает на возможный вклад в его формирование точечных дефектов.

Экспериментальные результаты, полученные в процессе облучения.

При облучении образца α -частицами (мощность дозы $5 \cdot 10^6$ частиц·см $^{-2}$ × с $^{-1}$) угол наклона амплитудной зависимости внутреннего трения падает, гистерезисный эффект уменьшается (рис. 1, к. 2). Это свидетельствует об упрочнении материала при облучении. Довольно низкий фон внутреннего трения (кривая 2) свидетельствует об удачно выбранной методике.

Под облучением амплитудная зависимость удельного электрического сопротивления качественно имеет тот же вид, что и без облучения (рис. 3, кривая 1 и рис. 2, кривая 2). На кривой примерно при тех же амплитудах сохраняются два максимума А и Б, что свидетельствует об их первопричине формирования деформацией.

Нельзя не отметить, что если без облучения изменения электрического сопротивления при вариации амплитуды происходят на десятки процентов, то под облучением они на порядок меньше. То есть, чувствительность точечных дефектов к циклическим напряжениям той же величины и частоты становится менее выраженной. Это определяет и вид кривых внутреннего трения.

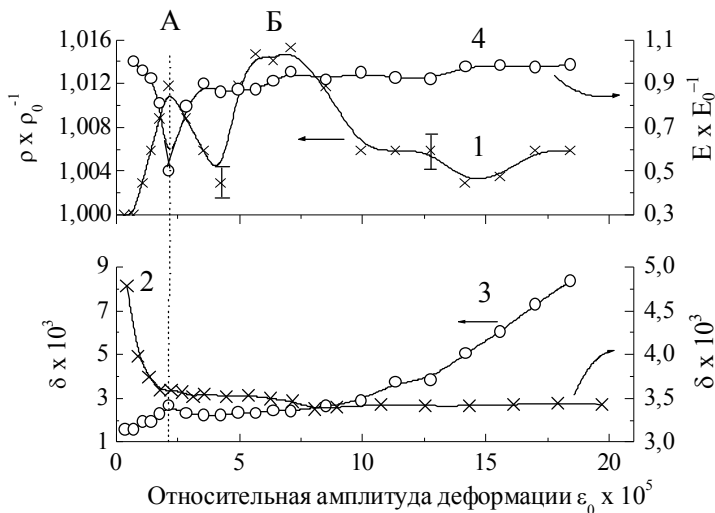


Рис. 3. Амплитудные зависимости удельного электрического сопротивления ρ ($\rho_0 = \rho$ при $\varepsilon_0 = 2,9 \cdot 10^{-6}$) (1), нормального модуля упругости E (4) ($E = E_0$ при $\varepsilon_0 = 2,9 \cdot 10^{-6}$) и внутреннего трения δ (2, 3) монокристаллов $n\text{-Si}\langle\bar{2}11\rangle$ при облучении с мощностью дозы $5 \cdot 10^6$ частиц·см $^{-2}$ ·с $^{-1}$ (кривые 1 – 3 – после предварительного облучения в установке в течение 1,2 ч (доза $2,2 \cdot 10^{10}$ частиц·см $^{-2}$))

Как видно из рис. 3 (кривая 2) в $n\text{-Si}\langle\bar{2}11\rangle$ под облучением максимумы А и В (рис. 2, а, кривая 1) исчезают. Однако участок спада остается. Если образец предварительно облучался в течение 1,2 ч (доза $D \approx 2,2 \cdot 10^{10}$ частиц·см $^{-2}$), то амплитудная зависимость $p\text{-Si}\langle 01\bar{1}\rangle$ приобрела вид монотонно возрастающей кривой, а в $n\text{-Si}\langle\bar{2}11\rangle$ – как показано на рис. 3 (кривая 3). Облучение и доза облучения играют определяющую роль (в зависимости от характера облучения амплитудная зависимость $n\text{-Si}\langle\bar{2}11\rangle$ изменила вид на противоположный (см. кривые 2 и 3)). Однако имеются и устойчивые особенности. На кривой 3 (рис. 3) остается

ся максимум А, который на кривой 2 (рис. 3) маскируется примерно вдвое выросшим уровнем ВТ в области малых амплитуд (за счет переходных процессов в начальный момент облучения).

На кривой 3 (рис. 3) максимум А не очень ярко выражен, однако следует отметить, что рост затухания происходит с $1,58 \cdot 10^{-3}$ до $2,65 \cdot 10^{-3}$ (на максимуме), т.е. примерно в 1,7 раза, в то время как без облучения (рис. 2, а, кривая 1, максимум А) только в 1,1 раза. Причем рост внутреннего трения сопровождается сопоставимым по величине падением динамического модуля упругости (рис. 3, кривая 4) и максимумом электрического сопротивления А, который в точности соответствует по амплитуде максимуму на амплитудной зависимости внутреннего трения (пунктир), как и в случае без облучения (рис. 2, а).

Экспериментальные результаты, полученные после облучения.

Как видно из рис. 4, а как результат облучения малоамплитудная часть содержит участок спада, который не свойственен монокристаллам $n\text{-Si} < 01\bar{1} >$ без облучения. Об этом свидетельствует также то, что кривая 1 рисунка 1 (без облучения) в малоамплитудной области не содержит участка спада. Этот участок остается и при обратном ходе по амплитуде (рис. 4, а), хотя и становится менее выраженным.

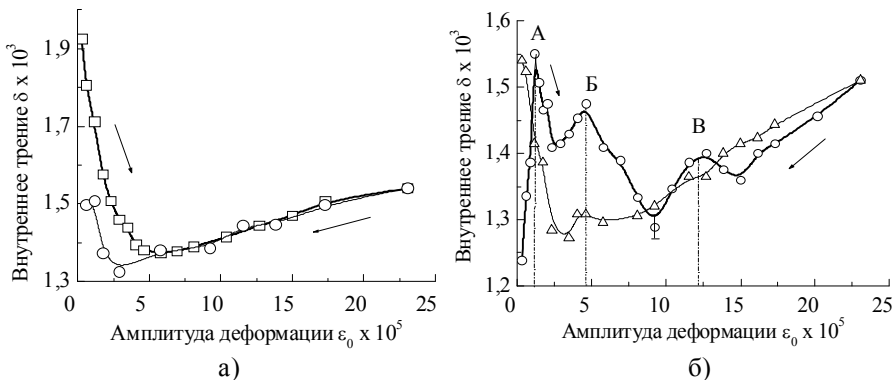


Рис. 4. Амплитудные зависимости внутреннего трения монокристаллов $n\text{-Si} < 01\bar{1} >$ в процессе облучения ($7,6 \cdot 10^6$ частиц·см $^{-2}$ ·с $^{-1}$) (а) и через 48 ч после облучения (набранная доза $5,5 \cdot 10^{10}$ частиц·см $^{-2}$) (б)

Для кривых, снятых через 48 ч после облучения, обнаруживается ряд особенностей. Общий уровень внутреннего трения в $n\text{-Si}$ остается низким как и под облучением (рис. 4, а и б), появляется ряд максимумов, не свойственных кристаллам ориентации $< 01\bar{1} >$ (см. кривую 1, рис. 1 –

до – и рис. 4, б – после облучения). Максимумы А, Б и В (рис. 4, б) практически исчезают после нескольких тысяч циклов деформации при максимальных напряжениях в 40 МПа (кривая обратного хода). Для р-Si, кривая до облучения которого показана на рис. 2, б, наблюдалось увеличение после облучения максимума Б.

Существенно, что этот максимум становится более выраженным и после циклической деформации (рис. 2, б, кривая 2). Можно обратить внимание также на поведение при облучении максимума В, связанного с движением дислокаций в приповерхностных слоях кристалла. Сравнение кривой 1 (рис. 2, а) до облучения, с кривой 2 при облучении (рис. 3) показывает, что максимум исчезает под влиянием облучения и восстанавливается после прекращения облучения. Поскольку основным механизмом движения дислокаций в глубоком потенциальном рельефе Пайерлса является зарождение с поверхности одиночных перегибов и их диффузии вдоль дислокационного сегмента [8], то очевидно этот процесс блокируется α -излучением.

Обсуждение результатов. Корреляция внутреннего трения и электрического сопротивления в области максимума А (спада на амплитудной зависимости в случае р-Si $\langle 01\bar{1} \rangle$) указывает на его связь с точечными дефектами. Устойчивость максимума (рис. 3, кривые 2 и 3) по отношению к воздействию α -облучения, которое проникает на глубину порядка нескольких десятков микрометров, свидетельствует о наличии комплексов точечных дефектов в объеме материала. Изучение ориентационной зависимости максимума А указывает, что такими точечными дефектами выступают скопления основных примесей замещения Sb и В, расположенные в кристаллической решетке. Направленные скопления атомов формируются при выращивании монокристаллов. Очевидно в нашем случае упорядоченное расположении примеси обусловлено низкой плотностью дислокаций, которые являются центрами гетерогенного зарождения. Кремний, использованный нами, обладает низким уровнем и большой однородностью внутренних напряжений (предназначен для эпитаксиального наращивания).

Начальный рост электрического сопротивления и затухания связан с ростом концентрации неравновесных вакансий при росте амплитуды циклической деформации. Вакансии являются акцепторами, снижают концентрацию основных носителей n-Si $\langle \bar{2}11 \rangle$ и приводят к росту ρ (рис. 2, а, кривая 1) и повышению внутреннего трения. В кремнии с акцепторной примесью бора (р-Si), где основными носителями являются дырки, участок роста внутреннего трения не наблюдается (рис. 2, б, кривая 1). При

циклической деформации в присутствии неравновесных потоков вакансий протекают процессы частичного разупорядочения первичных скоплений. Атомы Sb начинают более эффективно играть роль доноров и электрическое сопротивление падает. Внутреннее трение также снижается за счет гомогенизации твердого раствора (уменьшения концентрации скоплений, рассеяние энергии на которых идет по гистерезисному механизму).

Максимум Б (рис. 4, б) на амплитудных зависимостях внутреннего трения, насколько известно, ранее не наблюдался. Его появление связано с такими дефектами, которые до облучения и на начальных стадиях облучения проявляли себя при циклической деформации в существовании только максимума электрического сопротивления ввиду их низкой концентрации (максимум Б, рис. 2, а, кривая 2 и максимум Б на рис. 2, кривая 1). То есть, в этом случае речь также идет о точечных дефектах. Этим максимумам нельзя было сопоставить какие-либо изменения внутреннего трения или динамического модуля упругости при использованных температурно-частотных условиях испытаний до облучения.

Учитывая, что "хвосты" на АЗВТ при малых амплитудах (напряжения порядка 2–3 МПа) дают заряженные вакансии, образовавшиеся при циклической деформации или при облучении (рис. 4, а, малые амплитуды), то в случае максимума Б речь может идти о комплексах точечных дефектов, поскольку напряжение появления максимума Б в 3 – 4 раза выше (примерно 9,4 МПа). В тоже время они слабее взаимодействуют с дислокациями по сравнению со случаем максимума В ($\sigma \approx 26$ МПа), что возможно обусловлено рядовым состоянием комплекса.

Согласно [11], при использованных энергиях ионов реализуется каскадный процесс дефектообразования. Ион с энергией в 5,1 МэВ создает примерно $5 \cdot 10^4$ атомов, смещенных из узлов кристаллической решетки. При низких дозах появляются простые точечные дефекты вакансионного и межузельного типов и области радиационных повреждений. Кроме того, при облучении кремния α -частицами [12] примерно 60 % энергии α -частицы выделяется в виде электромагнитного излучения в ближней инфракрасной области спектра, так как термическое пики ($T \approx n \cdot 1000^\circ\text{C}$) охлаждаясь, выделяют тепло, которое уходит не только к поверхности, но и в объем кристалла. Кремний прозрачен для инфракрасного света с длиной волны выше 1 мкм. Таким образом, часть энергии поглощается в поверхностном слое полупроводника, создавая в нем необратимые структурные изменения. Другая часть энергии внедрившейся α -частицы расходуется на генерацию и излучение электромагнитных волн в инфракрасной области спектра, которые ионизируют атомы

и тем самым стимулируют комплексообразование за счет электростатического взаимодействия дефектов разного знака. Таким образом, для идентификации максимума Б следует рассматривать возможность формирования комплексов точечных дефектов, которые могут продуцироваться как при циклической деформации, так и при облучении.

Учитывая, что наиболее вероятным при облучении является образование смещенных атомов основного вещества (вблизи поверхности) и вакансий, а также то, что циклическая деформация в этой области амплитуд продуцирует комплексы точечных дефектов (рис. 2, кривая 2, максимум Б), можно считать, что за максимум Б в образцах небольшой толщины ответственны комплексы типа вакансия-вакансия либо вакансия-межузельный атом (наиболее вероятно – атом Si). Эти комплексы при 300 К более устойчивы по отношению к циклической деформации, чем дефекты, образующие максимум В, поэтому на кривых обратного хода по амплитуде (после высокоамплитудной циклической деформации) можно наблюдать небольшой остаточный максимум Б (рис. 4, б).

Выводы. В монокристаллах кремния с низкой плотностью дислокаций ($10\text{--}100\text{ см}^{-2}$), которые облучались α -частицами с энергией 5,1–5,5 МэВ непосредственно при измерении внутреннего трения, наблюдалось упрочнение материала, возрастающее с увеличением мощности дозы вплоть до $7,6\cdot 10^6$ частиц·см⁻²·с⁻¹. Это проявлялось в уменьшении гистерезиса и падении угла наклона амплитудных зависимостей внутреннего трения.

Изменения электрического сопротивления под действием циклической деформации различной амплитуды при облучении падают на порядок, что связано со снижением подвижности дислокаций, перемещением и размножением которых ранее (Гарбер Р.И. и др.) объяснялись изменения ρ в кремнии при циклировании.

После облучения α -частицами с дозой $(3,6 - 5,5)\cdot 10^{10}$ частиц·см⁻² обнаружен новый максимум на амплитудной зависимости внутреннего трения при относительной амплитуде $5\cdot 10^{-5}$, который является независимо от ориентации и типа проводимости кремния. Максимум связан с образованием при высокоэнергетичном облучении комплексов типа вакансия-вакансия либо вакансия-смещенный атом Si.

После облучения дозой $5,5\cdot 10^{10}$ частиц·см⁻² обнаружено повышение малоамплитудного трения, появление известных максимумов на амплитудной зависимости затухания в кристаллах с ориентацией, для которой они не характерны ($n\text{-Si} < 01\bar{1}>$), что обусловлено образовавшимися при облучении вакансиями и комплексами точечных дефектов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ван Бюрен. Дефекты в кристаллах. – М.: Изд-во иностр. лит., 1962. – 584 с.
2. Постников В.С. Внутреннее трение в полупроводниках (обзор) / Механизмы внутреннего трения в полупроводниковых и металлических материалах. – М.: Наука, 1972. – С. 6 – 16.
3. Томпсон Д., Парэ В. Использование явлений неупругости при исследовании радиационных повреждений и диффузии точечных дефектов / Влияние дефектов на свойства твердых тел. Физическая акустика. – М.: Мир, 1969. – С. 347 – 427.
4. Гарбер Р.И., Солошенко И.И., Чаркина И.А. Амплитудная зависимость внутреннего трения кремния / Физика твердого тела, 1973. – Т. 15, вып. 10. – С. 3088 – 3089.
5. Солошенко И.И., Крыськов А.А. Исследование влияния деформации в электрическом поле на дислокационную структуру и внутреннее трение германия / Механизмы внутреннего трения в полупроводниковых и металлических материалах. – М.: Наука, 1972. – С. 31 – 33.
6. Аммер С.А., Даринский Б.М., Дрожжин А.И., Москаленко А.Г. Дислокационная релаксация в поверхностных слоях кристаллов с высокими барьерами Пайерлса / Механизмы внутреннего трения в твердых телах. – М.: Наука, 1976. – С. 54 – 57.
7. Кристал М.А., Пигузов Ю.В., Головин С.А. Внутреннее трение в металлах и сплавах. – М.: Металлургия, 1964. – 245 с.
8. Малец Е.Б., Солошенко И.И., Камышан А.В. Внутреннее трение циклически деформированного кремния / Внутреннее трение в полупроводниках, диэлектриках и ферромагнетиках. – М.: Наука, 1978. – С. 114 – 116.
9. Гарбер Р.И., Солошенко И.И., Чаркина И.А. Влияние многократных нагружений на электрическое сопротивление и дислокационную структуру германия и кремния // Физика твердого тела. – 1970. – Т.12, вып. 12. – С. 3404 – 3407.
10. Малец Е.Б., Солошенко И.И., Камышан А.В. Внутреннее трение циклически деформированного кремния / Внутреннее трение в полупроводниках, диэлектриках и ферромагнетиках. – М.: Наука, 1978. – С. 114 – 116.
11. Комаров Ф.Ф., Новиков А.П., Соловьев В.С., Ширяев С.Ю. Дефекты структуры в ионно-имплантированном кремнии. – М-ск: Университетское, 1990. – 320 с.
12. Гнап А.К., Клименко К.С., Коваленко Н.И., Пелихатый Н.М. Световые потоки в интегральных структурах при высокоэнергетичном облучении // Информационные системы. – Х.: НАНУ, ХВУ. – 1997. – Вып. 1(5). – С. 55 – 63.

Поступила 6.02.2003

РОХМАНОВ Николай Яковлевич, канд. физ.-мат. наук, ст. науч. сотр., старший научный сотрудник Харьковского Национального университета им. В.Н. Каразина. Окончил физфак ХГУ в 1980 году. Область научных интересов – внутреннее трение в твердых телах, подвергнутых влиянию ионизирующих излучений и силовых полей.

ГНАП Арлен Карпович, доктор физ.-мат. наук, профессор, профессор кафедры высшей математики и физики Харьковского национального аграрного университета. Окончил ХГУ в 1965 году. Область научных интересов – радиационное дефектообразование в элементах твердотельной электроники и его влияния на распространение сигналов.